



**Barang - barang perak
(Revisi SNI 12-0319)**



Daftar Isi

Daftar Isi	i
Pendahuluan.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan.....	1
3 Definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	2
6 Persiapan pengujian	3
6.1 Metode peleburan	3
6.2 Metode cuplikan.....	3
7 Pengembalian sisa contoh.....	4
7.1 Untuk metoda peleburan.....	4
7.2 Untuk metode cuplikan	4
8 Cara uji penetapan kadar perak	4
8.1 Cara voihard (titrasi rodanida)	4
8.2 Cara kompleametri.....	6
8.3 Cara fire assay.....	9
8.4 Cara uji tanpa merusak.....	10
9 Syarat lulus uji	10

Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia ini merupakan revisi dari SN1 12-0319-1997, Barang - barang untuk perak, sehubungan dengan adanya kebutuhan pengawasan mutu kadar perak terhadap perhiasan dan barang - barang yang akan diekspor.

Revisi ini bertujuan untuk perbaikan dan penyempurnaan dengan memperluas jenis dan spesifikasi hasil produk perak serta menambah alternatif cara pengujian dan sesuai dengan kebutuhan untuk diterapkan.

Standar ini telah dibahas dalam rapat teknis telah dilaksanakan pada tanggal 10 Juli 1997 dan dilanjutkan dengan rapat pra konsensus pada tanggal 17 Nopember 1997 bertempat di PUSTAN DEPPERINDAG Jakarta, dan terakhir dibahas dalam rapat Konsensus Nasional di Jakarta pada tanggal 27 Pebruari 1998.

Hadir dalam rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen, peneliti, pemerintah serta instansi terkait lainnya.



Barang - barang perak (Revisi SNI 12-0319)

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, persiapan pengujian, pengembalian sisa contoh, cares uji, penetapan kadar perak syarat lulus uji barang-barang perak.

2 Acuan

- 12-0319-1995, ;
- ASTM, 1st ed (d1 modifikasi)
- *Text Book of Quantitative Inorganic Analysis* oleh Arthur I Vogel

3 Definisi

Barang-barang perak adalah barang-barang yang menggunakan perak sebagai bahan baku utama.

Yang dikelompokkan menjadi :

- a) Barang-barang perhiasan perak
- b) Barang-barang perak bukan perhiasan

4 Syarat mutu

Syarat mutu barang-barang kerajinan perak adalah seperti pada tabel 1.

Tabel 1
Syarat mutu barang perhiasan perak

Jenis barang	Jenis mutu	Persyaratan	
		Satuan	Kadar perak (min)
1. Barang-barang perhiasan perak	Perak 925	%	92,5
	Perak 800	%	80,0
2. Barang-barang perak bukan perhiasan	Perak 925	%	92,5
	Perak 800	%	80,0

5 Pengambilan contoh

Contoh diambil secara acak dengan ketentuan seperti tabel 2.

Tabel 2
Cara pengambilan contoh

: Jumlah barang dalam partai	:	Jumlah yang diambil	:
: (Berasal dari satu peleburan	:	tidak kurang dari	:
: sejenis)	:		:
: 2 Sampai 15	:	2	:
: 16 Sampai 25	:	3	:
: 26 Sampai 90	:	5	:
: 91 Sampai 150	:	8	:
: 151 Sampai 280	:	13	:
: 281 Sampai 500	:	20	:
: 501 Sampai 1200	:	32	:
: 1201 Sampai 3200	:	50	:
: 3201 Sampai 10000	:	80	:
: 10001 Sampai 35000	:	125	:
: 25001 Sampai 150000	:	200	:
: 150001 Sampai 500000	:	315	:
: 500001 Sampai	:	500	:

6 Persiapan pengujian

6.1 Metode peleburan

Metode peleburan dilakukan apabila kondisi contoh tidak dapat teridentifikasi bagian utama dan pelengkap.

6.1.1 Peralatan

- Gunting potong
- Mangkuk pelebur contoh terbuat dari bahan tembikar atau bahan lain yang tidak mencemari dan tahan pada temperatur peleburan, volume sesuai kebutuhan.
- Alat pemanas untuk melebur contoh dengan bahan bakar bensin atau bahan bakar lain yang memadai. Alat harus aman terhadap resiko kebakaran/ledakan.

6.1.2 Persiapan contoh uji

- Pisahkan bagian permata atau non logam dari contoh perhiasan, kemudian dipotong menjadi dua potongan yang simetris, satu bagian contoh disimpan untuk arsip contoh uji.
- Satu bagian potongan contoh yang mewakili tiap perhiasan dilakukan dan dipanaskan dalam mangkuk peleburan, hingga mencair dan homogen.

6.2 Metode cuplikan

Mutu cuplikan dilakukan apabila contoh dapat teridentifikasi bagian utama dan pelengkapnya.

6.2.1 Peralatan

- Gunting pemotong
- Kikir

6.2.2 Persiapan contoh uji

- Tentukan bagian-bagian barang yang akan diambil contohnya, usahakan dari bagian-bagian yang mewakili bagian utama dan bagian pelengkap dan tidak mempengaruhi penampilan barang bila dilakukan pengikisan.

- Kikirlah bagian-bagian tersebut hingga diperoleh sejumlah contoh ± 3 gram untuk analisa, diusahakan agar pengikisan tidak sampai merusak benda namun hasil pengikisan yang diperoleh dapat mewakili contoh secara keseluruhan.
- Apabila memungkinkan beberapa bagian contoh dapat diambil dengan menggunakan guntirig.
- Kumpulkan hasil pengikisan dan campur hingga homogen

6.2.3 Persiapan contoh untuk metode uji tanpa perusakan

- Contoh uji dapat langsung diuji atau disesuaikan dengan keperluan peralatan yang akan dipergunakan.

7 Pengembalian sisa contoh

7.1 Untuk metoda peleburan

- Sisa contoh berupa potongan langsung diserahkan kembali kepada pemiliknya dan sisa peleburan dikembalikan setelah habis masa berlaku sertifikat hasil uji.

7.2 Untuk metode cuplikan

- Sisa contoh dapat langsung dikembalikan setelah diambil contohnya dari bagian-bagian tertentu.

8 Cara uji penetapan kadar perak

Metode uji yang diterapkan dapat memilih salah satu dari metoda-metoda sebagai berikut :

- Cara *Volhard*
- Cara kompleksometri
- Cara *Fire Assay*
- Cara uji tanpa rusak

8.1 Cara volhard (titrasi rodanida)

8.1.1 Peralatan

- Neraca analisis dengan ketelitian 0,1 mg
- Kompor listrik (hot plate) atau pemanas lain yang sesuai
- Gelas piala 300 ml, tinggi ± 15 cm

- Buret 100 ml I
- Pipet berskala 10 ml
- Erlenmeyer 500 ml
- Labu ukur 200 ml
- Pipet volumetrik 25 ml atau 50, ml
- Kaca penutup sesuai dengan gelas piala

8.1.2 Bahan kimia

8.1.2.1 Asam nitrat 1 : 1

Encerkan 1 bagian HNO_3 pekat dengan 1 bagian air suling

8.1.2.2 Feri amonium sulfat 10 % ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$)

10 gram dilarutkan dengan air suling dan encerkan hingga 100 ml

8.1.2.3 KCNS 0,1 N

9,72 g KCNS p.a. dilarutkan hingga 1 liter dengan air suling Standar larutan KCNS 0,1 N dilarutkan seperti butir

8.1.3. (diperlukan V ml)

Normalisasi KCNS (N) =

$$\frac{\text{Berat std perak (dlm mg)} \times \% \text{ kemurnian standar perak}}{V. \text{ ml KCNS} \times 107.87}$$

8.1.3 Cara uji

- Timbang dengan teliti ± 1 g contoh masukkan ke dalam gelas piala 300 ml
- Tambahkan 10 ml asam nitrat 1 : 1 tutup gelas piala dengan kaca penutup dan panaskan perlahan-lahan di atas kompor listrik hingga contoh melarut dan bebas uap coklat (pemanasan harus di dalam ruarig asam)
- Dinginkan dan pindahkan larutan dalam erlenmeyer 500 ml, bilas gelas piala dengan tutupnya dengan air suling hingga volume larutan mencapai ± 100 ml. (larutan dapat langsung dititrasi seluruhnya atau dipindahkan ke dalam labu ukur 200 ml, setelah isi

SNI 12-0319-1999

labu ditepatkan dan dikocok kemudian dipipet 50.00 ml untuk dititrasi dalam erlenmeyer 500 ml)

- Tambahkan 5 ml larutan feri amonium sulfat dan titrasi dengan larutan KCNS 0,1 N hingga warna larutan menjadi merah kecoklatan tipis (A ml)

Ag dalam contoh (Penitaran Langsung) :

$$\frac{A \text{ ml} \times N \times 107,87 \times 100 \%}{\text{Berat contoh (mg)}}$$

Penitaran melalui pemipetan :

$$\frac{A \text{ ml} \times N \times 107,87 \times P \times 100 \%}{\text{Berat contoh (mg)}}$$

Keterangan .

- % Ag adalah kadar perak (Ag) yang terdapat dalam contoh
- A ml adalah volume KCNS 0,1 N yang diperlukan untuk titrasi contoh
- N adalah normalisasi larutan KCNS
- P adalaah faktor pengenceran untuk titrasi melalui pemipetan

8.2 Cara kompleametri

8.2.1 Alat yang diperlukan

- Gelas piala
- Pipet Berskala 10 ml
- Cawan kaca masir G4
- Buret 50 ml -.Pemanas listrik
- Ruang asam

8.2.2 Pembuatan larutan perak

8.2.2.1 Larutan kompleksota III 0,01 M

Ditimbang 3,7225 gram kompleksom III pa, masukkan ke dalam gelas piala larutkan dengan air suling dan dimasukkan kedalam labu takar 1.000 ml seterusnya tambahkan air suling sampai ada garis kemudian kocok hingga homogen.

Kompleson III adalah dinatrum ethylene diamine tetra, asetat (EDTA) dengan rumus

molekul $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_{83}\text{N}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ Bahan ini mudah menyerap air dari udara, sehingga perlu dipanasi dalam lemari pengering dalam suhu 30°C selama 24 jam sebelum digunakan dan didinginkan dalam eksikator. Air yang dipergunakan untuk melarutkan komplekson III hendaknya dibuat dengan alat mempergunakan alat penyulingan gelas pyrex atau sejenis. Botol poliethylene juga dipergunakan sebagai penyimpan.

8.2.2.2 Kalium mikelosianida

Timbangan 25 gram $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ tarutkan dengan 50 ml air suling, tambahkan sedikit 25 gram KCN pa sambil diaduk sehingga warna larutan menjadi kuning dan terbentuknya endapan K_2SO_4 , berwarna putih. Tambahkan 100 ml, 95 % sambil diaduk.

Endapan disaring dengan alat penyaring buchner seterusnya dicuci dua kali masing-masing dengan 2 ml ethanol. Tapisan yang diperoleh dipekatkan dengan jalan memanasi pada suhu tak lebih dari 70°C . Pemanasan lebih baik menggunakan pemanas infra merah.

Setelah dilihat ada hablur, larutan perlu sekali-sekali diaduk, apabila hablur sudah semakin banyak (tanpa penguapan sampai kering) biarkan sampai membeku seterusnya tambahkan 50 ml ethanol. Kristal yang terbentuk dipisahkan dengan alat penyaring buchner cuci dua kali masing-masing dengan 5 ml ethanol.

Hablur berwarna kuning ditebarkan di atas kertas timbang (*thinlaver*) yang dibawahnya dialasi dengan kertas kering, dalam keadaan demikian biarkan selama 2 - 3 hari hingga kering diusahakan supaya jangan sampai terkena debu.

Kelebihan KCN akan berubah menjadi K_2CO_3 hablur kering disimpan dalam botol berwarna coklat bertutup asah.

8.2.2.3 Larutan indikator mureksid

Sediakan botol berwarna coklat yang akan dipakai sebagai tempat penyimpanan indikator isi botol dengan 25 ml air suling.

8.2.2.4 Larutan buffer (pH 10.)

Timbangan 17,5 gram amonium klorida pa tambah 142 ml larutan amoniak pekat (Bj 0,88-0,90), tambahkan air suling 250 ml.

8.2.2.5 Indikator hitam erio krom(erio chromme black T)

Timbangan 0,2 gram hitam T erio krom, larutkan kedalam campuran yang terdiri dari 15 ml triethanol amine dan 5 ml ethanol absoulut.

8.2.3 Penetapan molaritas larutan EDTA

Timbang dengan teliti 0,2194 gram seng asetat dihidrat pa, larutkan dalam air suling. Secara kuantitatif masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan air suling hingga tanda garis kocok sampai larutan menjadi homogen, pipet 25 ml masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan dengan 50 ml air suling, 2 ml buffer dan satu tetes larutan hitam terio chrom sebagai indikator, seterusnya dititar dengan larutan EDTA yang akan ditetapkan molaritasnya sampai larutan berubah warna dari merah anggur menjadi biru.

Perhitungan .

$$M = \frac{BT}{BM \times V \times P}$$

Keterangan .

M adalah molaritas Larutan EDTA

BT adalah berat seng asetat dihidrat (mg)

BM adalah berat Molekul seng asetat dihidrat (219,388) V adalah hasil Titras: (ml)

P adalah faktor Pengenceran

8.2.4 Cara uji

Timbang dengan teliti $\pm 0,4$ gram contoh, masukkan contoh ke gelas piala. Tambahkan 5 ml air suling dan 5 ml air suling - 10 ml asam nitrat pekat panaskan sampai semua contoh larut sempurna didalam ruang asam, encerkan hingga 50 ml dengan air suling pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, bilas dengan air suling tempatkan isi labu dan kocok hingga homogen.

Pipet 50,00 ml masukkan ke dalam erlenmeyer dan tambahkan HCL pekat (± 5 ml) sampai semua perak mengendap sebagai AgCl.

Diamkan selama satu malam di tempat yang gelap.

Selanjutnya diendapkan tuangkan dengan air suling beberapa kali, kemudian seluruh endapan dimasukkan ke dalam kaca masir G4 dan cuci sampai air tapisan tidak mengandung klorida lagi.

Endapan dilarutkan dengan larutan 10 ml amoniak pekat aduk dan sampai semua endapan melarut, masukan ke dalam erlenmeyer, bilas dengan 80 ml air suling hingga larutan menjadi 100 ml. Tambahkan 0,2 gram kalium nikelosianida dan beberapa tetes indikator mureksid,

titar dengan larutan komplekson III 0,01 M sampai warna larutan berubah dari kuning menjadi violet.

Perhitungan :

$$K = \frac{V \times M \times 215.74 \times 10 \times 100 \%}{C}$$

Keterangan :

K adalah kadar perak

V adalah hasil titrasi dengan larutan komplekson III (ml) M adalah molaritas larutan komplekson

C adalah berat contoh (mg)

8.3 Cara fire assay

8.3.1 Alat yang dipergunakan

- Neraca analisis dengan ketelitian 0,1 mg
- Tanur pemanas yang dapat beroperasi sehingga suhu minimal 900⁰ C dengan pengaturan suhu akurat
- Cawan kupel terbuat dari alumina tulang dan memiliki pori-pori yang dapat menyerap cairan Pb pada temperatur pengujian.

8.3.2 Bahan yang diperlukan

- Kertas timbal

8.3.3 Cara uji

Timbang dengan teliti ± 0,4 gram contoh, dengan kertas timbal 5 gram, diletakkan dengan cawan kupel (dari abu tuang), masukkan ke dalam tanur pemanas, panaskan pada suhu 800⁰ C selama lebih kurang 15 menit sampai contoh terlihat jernih, matikan muffler.

Biarkan cawan kupel di dalam dapur sampai dingin selama lebih kurang 45 menit keluarkan cawan kupel dan contoh dari dapur, pisahkan contoh dari kupel, bersihkan dan timbang (X1). Lakukan dengan jalan yang sama terhadap Perak murni (kadar 99,95 %) sebagai kontrol (Y1).

Perhitungan :

$$K = \frac{X1 \times 99,95}{Y1}$$

Keterangan :

K adalah kadar perak (%)

X1 adalah berat contoh yang telah dikupel (gram) Y1 adalah berat perak kontrol yang telah dikupelasi

8.4 Cara uji tanpa merusak

8.4.1 Alat yang dipergunakan

- Spectrophotometer sinar x yang dapat mengukur kadar perak dalam contoh uji dari keseluruhan ketebalan titik uji.

8.4.2 Bahan yang diperlukan

Standar perak murni yang telah disertifikasi kemurniannya

8.4.3 Cara uji

- Lakukan kalibrasi alat terhadap standar perak murni
- Kadar perak diukur dari beberapa bagian contoh uji
- Cara pengujian disesuaikan dengan petunjuk pengoperasian alat yang dipergunakan
- Kadar perak dilaporkan dari rata - rata hasil pengujian

9 Syarat lulus uji

Jumlah barang dalam partai dapat dinyatakan memenuhi syarat dan sesuai dengan standar ini, apabila semua contoh uji yang diperiksa seperti yang ditetapkan.





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id